



(¥2,000)

# 特 許 願 (特許法第38条ただし書 (の規定による特許出願))

特許庁長官 殿

昭和49年11月8日

## 1. 発明の名称

ヘクトライト粘土を主成分とするゲル組成物

## 2. 特許請求の範囲に記載された発明の数

2

## 3. 発明者

居 所 アメリカ合衆国カリフォルニア州ロス・アンゼルス、  
ノース・ユニバーシティ・ハイウェイ 2240  
氏 名 スチーブン・チャールズ・グラスコ (ほか 1 名)

## 4. 特許出願人

住 所 アメリカ合衆国カリフォルニア州ロス・アンゼルス  
ナイツ・ロード 674

氏 名 ジョン・ウィリアム・ライアン

(代表者)

国 籍 アメリカ合衆国

## 5. 代理人

居 所 〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号  
新大手町ビルディング 331  
電 話 (211) 3651 (代 表 者)

氏 名 (6669) 弁護士 浅 村

49 128821

## 明 細 書

### 1. 発明の名称

ヘクトライト粘土を主成分とするゲル組成物

### 2. 特許請求の範囲

- (1) 本質的に、ゲル組成物を形成するのに十分な量で存在しているヘクトライト粘土のコロイド水溶液に溶解された保湿剤から成るゲル組成物。
- (2) 本質的に、ゲル組成物を形成するのに十分な量で存在しているヘクトライト粘土のコロイド水溶液に溶解された保湿剤、及び該組成物に懸濁されたカプセルを含有する装てん物から成るゲル組成物。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明はヘクトライト粘土の水性ゲル、詳細にはこのようなゲルを使用する歯みがき、化粧品、食料品などに歯するものである。本発明は又着色剤、香味用エッセンスなどのような装てん物を含有するカプセルを包含するヘクトライト粘土の水性ゲルに歯するものである。

モンモリロン石自体及びヘクトライトのような

## ⑬ 日本国特許庁

# 公開特許公報

⑪特開昭 51-59097

⑬公開日 昭51.(1976) 5.22

⑫特願昭 49-128821

⑫出願日 昭49.(1974) 11. 8

審査請求 未請求 (全18頁)

庁内整理番号 6617 44

2121 41 7003 4A

6617 44

6617 44

## ⑫日本分類

14 J1  
J1 D12  
J1 B2  
J1 B4  
J1 D10

## ⑫ Int. Cl<sup>3</sup>

C01B 33/26H  
A61K 7/18  
A61K 7/032  
A61K 8/06  
C07K 3/00

精製されたモンモリロン石群鉱物の粘土はゲル状態にあるコロイド水溶液の形態で——ペプタイザ—剤 (peptiser agent) が存在しない——すなわち若干の剛性と弾性を示す均質な外見の米で知られている。精製された天然のヘクトライト粘土は食品、化粧品、及び医薬品において永年の間酸化剤及び懸濁剤として使用されてきた。

歯みがきの分野においては種々の不溶性シリカ及び不溶性リン酸塩が歯のプラーク (plaque)、及び食物の小片のような口部の碎片を除去するために研磨剤、光沢剤として使用されている。これらの固形物はねり歯みがき、水、及び保湿剤の液体部分に懸濁されて「ペースト (paste)」を形成している。ヘクトライト粘土コロイド水溶液のような固体の研磨剤が従面上存在していないねり歯みがき剤を使用した人はまだいない。

現在では歯のカリエス防止にフッ化物入りねり歯みがきが流行している。これらのねり歯みがきにはねり歯みがき中の他の成分との反応によつてフッ化物成分が除去される点に問題がある。本発

明においては、フッ化物成分及び光沢剤となつた成分で供給している。

化粧用鋼製品においては、手、顔、及び他の皮膚面を洗淨する普通の方法による除去の容易さ（洗淨適性）は使用者にとっては重要な因子であり、且つ化粧品の処方中における水中油型乳濁液の施行における主要因子である。

又、化粧品においては一般に入手できる処方品によつて得られる化粧（*panied*）した人形のような外見よりもむしろもつと自然の容顔に對する要望がある。

本発明の一見地は、本質的にゲルを形成する量のヘクトライト粘土のコロイド水溶液、及びペプタイザー剤から成るゲルを目的とするものであり、該ゲルはヘクトライト粘土及びペプタイザー剤の流動性のコロイド水溶液を流動性溶液が変化してゲルになる温度まで加熱することによつて製造したものである。好ましいペプタイザー剤は縮合されたリン酸の水溶性アンモニウム、カリウム、又はナトリウム塩であり、このような薬剤はピロリ

3

などを含有していてもよい。好ましい添加成分はその中に懸濁された、装てん物（*payload*）を含有しているカプセルであり、装てん物は着色剤、香味剤、エッセンス、医薬品などであつてよい。

カプセルは規定された粘土、及び(1)少なくとも1個の極性基を有する単純な有機化合物、及び(2)有機質の親水性コロイドから成る組から選定される極性基を生じる化合物で形成された膜（基体、すなわち皮）を有するのが好ましく、且つ極性基を生じる化合物は混合しながら合成ヘクトライト粘土及びピロリン酸四ナトリウムペプタイザー剤のコロイド水溶液に添加された場合にコロイドの大きさよりも大きい大きさを有する水に不溶性の粒子を形成することのできるのが特徴である。更に単純な有機化合物は常温において實質的に不溶性を特徴とするのが望ましい。しかしながら本発明においては所望の物質の装てん物を有するどんなカプセルをも使用することができるものと理解すべきである。

本発明のカプセル含有組成物はしぼんだカプセ

特開 昭51- 59097(2)

ン酸四ナトリウム、又はヘキサメタリン酸ナトリウムが好ましい。通常縮合リン酸ペプタイザー剤は存在する粘土の0.05ないし10重量%の量で存在する。縮合リン酸ペプタイザー剤を使用する場合には、ゲル化の温度は約70ないし100℃である。粘土は合成ヘクトライト粘土であるのが好ましい。歯みがきにおいては、粘土がフッ素を含有しているのが好ましく、且つ合成フッ素ヘクトライト粘土であるのが好ましい。

本発明の第二の見地は本質的にゲル組成物を形成するのに十分な量で存在しているヘクトライト粘土のコロイド水溶液に溶解された保溼剤から成るゲル組成物を目的とするものである。この第二の見地においてはゲルを、ペプタイザー剤を存在させないで規定された粘土、保溼剤、及び水のコロイド水溶液として形成させることができるか、又は保溼剤の存在で上記の第一の見地に記載されたようにして形成させることができる。

本発明の上記のゲル組成物はその中に懸濁、あるいは溶解された着色物体、香味剤、エッセンス

4

ルを既に形成されたゲル又は上に規定された流動性の粘土溶液と混和し、次に混和物を加熱してゲル条件を得ることによつて製造することができる。あるいは混和物をそのまま装てん物及び規定された極性基を生じる化合物の水性混合物を、直接あるいは続いて混和物を加熱することによるかのどちらかでゲル組成物を得るのに十分に存在している上記で規定された粘土のコロイド水溶液に添加して製造することもできる。

本発明の独特なゲル歯みがき組成物は重量部単位で本質的に合成フッ素（8.3%）ヘクトライト粘土47.5、ピロリン酸四ナトリウム解こう剤2.5、ラウリル硫酸ナトリウム発泡剤6.5、グリセリン保溼剤125.0、及び水273.5からなり、全部を混合して薄い、水のような流動性の組成物にし、次に約90℃に約1時間加熱してゲル組成物を得るものである。

本発明の組成物の他の用途には皮膚用クリーム及びアイ、シェードのような化粧品、及び食料品特に香味剤を含有する着色されたカプセルが水、

5

6

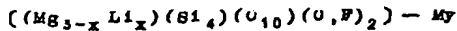
上記に規定された粘土、保湿剤及び砂糖のゲル中に懸濁されているゲル・キヤンデーを包含する。

#### 本発明の説明及び実施例

##### ヘクトライト粘土

本発明において使用されるヘクトライト粘土はケイ素 (Si)、マグネシウム (Mg)、リチウム (Li)、酸素、ヒドロキシル (OH) から成り、フッ素 (F) 及び交換性の陽イオンを含有していることもないこともある。観察されたことのある交換性の陽イオンはバリウム、カルシウム、セシウム、水素、リチウム、マグネシウム、カリウム、ルビジウム、ナトリウム、及びストロンチウムである。ナトリウム及びリチウムは一般に単独又は組になつてこれらのイオンとして存在している。

ヘクトライト粘土の半単位胞に対する一般式は



(式中、Mは交換性陽イオンである)

から成り、フッ素 (F) は存しても、しなくてもよく、普遍は多少のヒドロキシル基が存在する。

合成のヘクトライト粘土は入手することができ

る。品質及び組成が均一なので、天然のヘクトライト粘土鉱物から誘導される粘土よりも合成のヘクトライト粘土の方が好ましい。本発明では一般に結合されたリチウム及び交換性のリチウム両方の状態で高度にリチウムを含有している合成のヘクトライト粘土が使用するのに便利である。

歯みがき用の用途に対してはフッ素含有ヘクトライト粘土、特に合成のヘクトライト粘土が好ましい。これらの特定の粘土用に適合される専門用語は包括的な用語として「合成フッ素(多)ヘクトライト粘土」、又は「フッ素(多)ヘクトライト粘土」であり、ここでの(多)は「規定された粘土」におけるフッ素成分の重量百分率である。

エンサイクロペディア・オブ・ケミカル・テクノロジー (Encyclopedia of Chemical Technology)、第2版、第5巻、第547ページには天然産のヘクトライト粘土に対して下記の代表的な式を与えている。



下記の第1表において7種類の異なるヘクトラ

イト粘土の分析値を示す。第1号は天然の粘土であり、分析値は上記の百科事典の第2版、第5巻、第548ページから引用したものであり、第2号は遊離された「90%」含量の天然のヘクトライトである。第3、第4、及び第5号は1種類の供給源からの合成粘土であり、第6及び第7号は異なる供給源からの合成粘土である。

第 1 表 ヘクトライト粘土

分析値、重量%	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
SiO <sub>2</sub>	55.9	51.9	56.9	56.1	56.1	56.1	55.9	60.4
MgO	25.0	22.1	29.2	28.4	28.4	28.4	26.7	26.0
Li <sub>2</sub> O	1.1	1.2	2.3	2.1	0.5	2.1	1.9	1.1
Na <sub>2</sub> O	2.7	3.1	0.6	2.4	3.5	2.4	4.3	5.0
F	6.0	2.1	1.8	1.6	1.6	1.6	8.3	0.0
CaO	0.0	6.5	0.5	0.4	0.5	0.4	0.1	0.2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.0	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.1	0.8	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
遊離水	12.1	11.7	11.4	9.5	9.5	9.5	3.6	6.9

本明細書において使用される専門用語においては、粘土第Ⅱ号は「合成フツ素（1.8%）ヘクトライト粘土」と表わされ又粘土第Ⅲ号は「合成フツ素（8.3%）ヘクトライト粘土」と表わされる。ペプタイザー剤

本発明の一見地においては最初に上に規定された粘土及び水（及び保湿剤）の希薄な（低粘度）水のような流動性の組成物を用いて作るのが望ましい。これは希薄な水のような流動性の組成物の形成中にゲル状態の形成を阻止するのに十分な量のペプタイザー剤が存在することによるか、あるいは既に存在しているゲルに十分な解こう剤を添加してゲル条件を消失させることによつて成就される。希薄な、水のような流動性の組成物では他の成分の溶解、及びねり歯みが必要でチューブ及び化粧品工業において使用されることの多い小形の容器を満たすのを容易にし、又空気の気泡及び泡立ちを容器への充てんの前、及び充てん中に製造組成物から容易に排除することができる。ヘクトライト粘土及びペプタイザー剤（及び保湿剤及び

11

及びリン酸塩ガラス、例えばヘキサメタリン酸アンモニウム、ヘキサメタリン酸カリウム、及びヘキサメタリン酸ナトリウムである。（本明細書における水溶性とは「解こう作用を行うのに十分な可溶性」を意味するものである。）ピロリン酸四ナトリウム及びヘキサメタリン酸ナトリウムが普通ペプタイザー剤として使用される。

存在するペプタイザー剤の量は特定の薬剤、特定の粘土、存在する粘土の量、及び場合によつては存在する他の成分で変化する。先に規定の総合リン酸の塩の1種類を使用する場合では一般に解こう剤の量は存在する規定された粘土の約0.05ないし1.0重量%の範囲内である。

#### ゲル

##### (1) ペプタイザー剤を用いないゲル

ヘクトライト粘土及び水を徹しにかきまぜればコロイド水溶液を形成し、十分な粘土が存在すればゲルが形成される。

グリセリン、プロピレングリコール、ソルビット、脂肪族のモノ-及びジグリセリド、及び乳糖

（又は）他の成分）の流動性のコロイド水溶液を、流動性溶液（など）が変質してゲルになる温度まで加熱することによつて最終の所望のゲル状態を生じさせる。

アンモニア、過酸化水素、炭酸ナトリウム、クエン酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、シュウ酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム、及び縮合リン酸の水溶性塩のような、どの公知のペプタイザー剤でも使用することができる。

1種類又はそれ以上の総合リン酸の水溶性塩をペプタイザー剤として使用するのが好ましい。最も好ましい塩は総合リン酸の水溶性アンモニウム、カリウム、又はナトリウム塩である。代表的な塩はピロリン酸四アンモニウム、ピロリン酸四カリウム、ピロリン酸四ナトリウム、トリポリリン酸アンモニウム、トリポリリン酸カリウム、トリポリリン酸ナトリウム、トリメタリン酸アンモニウム、トリメタリン酸カリウム、トリメタリン酸ナトリウム、テトラメタリン酸アンモニウム、テトラメタリン酸カリウム、テトラメタリン酸ナトリウム、

12

ナトリウムのような保湿剤の主要量が存在しているかあるいはないゲル組成物を生成させることができることが見いだされた。

ゲル組成物は合成洗淨剤、例えばラウリル硫酸ナトリウム、モノラウロイルサルコシン酸ナトリウム、及びラウリルスルホ酢酸ナトリウム、及びステアリン酸ナトリウムのようなセッケンのような発泡剤を包含してもよい。

ゲル組成物は香味剤、エッセンス、溶解されているかあるいは懸濁している着色剤、天然又は合成の甘味剤、化粧品又は食用油に使用されるような油、審美的効果のため、あるいは香味の固定を防止するような有用な目的のために不溶性粒子又はカプセルを含有してよい。

規定された粘土の使用量は特定の粘土、あるとすれば保湿剤の量、及びあるとすれば組成物中に存在する他の成分の量、及び所望されるゲルの剛性に左右される。規定された粘土のゲル化量を使用するが、この量は一般に約1ないし15重量%の範囲内である。

13

-548-

14

## (2) ペプタイズされた溶液からのゲル

本質的に水、規定されたヘクトライト粘土、及びペプタイザー剤から成る希薄な水のような流動性の組成物は流動性の溶液のゲル化温度への加熱によつてゲルに変化することが見い出された。変化を起すには時間が必要であり、時間は温度及びペプタイザー剤に關係がある（左右される）。

ゲル状態への変化は「流動性の溶液」が保湿剤、又は発泡剤、又はペプタイザー剤を用いないゲルなる凝縮の項において開示された「他の成分」、あるいはこれらの任意の組合せを包含する場合でさえ起る。他の成分が存在すれば組成物にその希薄な、水のような流動性の状態を失なわせることがあるが、他の成分では流動性溶液の他の成分の組成物をゲル化させることはないことを理解するべきである。

使用されるペプタイザー剤の量は特定の薬剤、特定の粘土、及び存在する粘土の量で変化し、且つこれらのような存在する他の成分でさえ粘土のゲル化能力に影響を及ぼすことができる。特定の

15

は場合によつては食料品における使用に許容されなければならないことを理解しなければならない。

装てん物は特定のゲル組成物に有用などんな物質、液体、半固体、又は固体であつてもよい。代表的な装てん物質は香味剤、エッセンス、からし及びケチャップのような調味料、シロップ、ホワイト・ミルク、チョコレート・ミルク、顔料染色用の染料及び（又は）セツト用の薬品、昆虫忌避剤、及び日焼け剤（sun tan agent）である。装てん物が水に不溶性の場合には、装てん物含有カプセルが特に有用であり、且つ「担体（carrier）」が皮膚用クリームでのように水性ゲル媒質であることが望ましい。物質の混合物が果実の香味又は甘いゲル媒質中のホワイト・ミルクカプセル及びチョコレート・ミルクカプセルの興味のある爽快感でのように混合を避けることによつて効果が増強的及び（又は）爽感であることを所望する場合には、カプセルが特に有用であることは明白である。

17

ペプタイザー剤が結合リン酸の規定された水溶性のアンモニウム、カリウム、又はナトリウム塩の1つ又はそれ以上である場合には、存在する解こう剤の量は存在する規定された粘土の約0.05ないし10重量%の量である。結合リン酸塩の規定された種類からのペプタイザー剤を使用する場合には、通常約70°ないし100℃の温度を使用して流動状態からゲルの状態に変化させる。

## カプセル及び粒子

本発明のゲル組成物はその中に懸濁されていてコロイドの大きさよりも大きい大きさを有する粒子及びカプセルを包含することができる。この粒子及びカプセルは本発明とは関係なく「マイクロカプセル化」技術では公知のどの方法で作つてもよい。一方では以下に記載される方法によつて粒子及びカプセルをその場で作つてもよい。一般に粒子は単に水に不溶性の反応生成物から成るが、カプセルは膜（皮又は壁体）に囲まれた装てん物（コア）を包含する。装てん物及び膜（あるいは粒子）は両方とも固みがき、又は化粧品、あるいは

16

本発明は特殊な方法によつて製造された粒子又はカプセルの使用に限定されるものでないことが指摘された。しかしながら、粒子又はカプセルを製造する好ましい方法は

(1) 無機質のケイ酸塩、特にコロイド水溶液用の粘土、有利にはモンモリロン石群鉱物の粘土、及び

(2) ある種の極性基を生じる物質

の反応によるものである。（本発明の目的にはヘクトライト粘土が好ましい規定された無機質ケイ酸塩である）。

(1) 極性基を生じる有機質物質

あらゆる極性基を生じる有機質物質（化合物）が使用に適切なのではない。コロイド水溶液中において無機質ケイ酸塩と反応して水に不溶性の粒子を形成する極性基を生じる有機質物質だけが適切である。例えば低分子量の脂肪族アルコール、特に水中で高い溶解度を有するものは反応して水に不溶性の粒子を形成することなく、実態にこれらの化合物はケイ酸塩を水に可溶性にするように

18

ある。セルロース誘導体は反応して水に不溶性の粒子を形することもしないこともある。立体障害がこの不旨尾の理由であると考えられる。

無機質のケイ酸塩は水溶液中においてそれに分布している反応性サイトと網目構造を形成するので、極性基のできる重合体、又は巨大分子すら反応して水に不溶性の粒子を形成することができ、あるいはできないことがあると考えられ、反応は重合体極性基の間隔、すなわち立体障害に左右されるようである。場合によつては極性基の間隔が無機質ケイ酸塩の反応サイトとの離れ過ぎていれば水に不溶性の粒子を形成するのに十分な反応をさせられない。

極性基を生じる有機物質の種類を単に挙げるだけでは効力のある極性基を生じる有機物質を規定することはできない。各種類には無機質ケイ酸塩のコロイド水溶液と反応しない若干の成分を含有している。

特定の極性基を生じる有機物質が規定されたケイ酸塩のコロイド水溶液と反応して水に不溶性

の粒子を形成するかどうかを決定するために簡単な選別過程を考案した。

1つの定義では、極性基を生じる有機物質は

(1) 合成ヘクトライト粘土及びピロリン酸四ナトリウム解こう剤のコロイド水溶液に混合しながら添加した場合に、コロイドの大きさ以上の大きさを有する水に不溶性の粒子を形成する能力、及び

(2) 1) 少なくとも1個の極性基を有する単純な有機化合物、及び

(ii) 有機親水性コロイド、

から成る組から選されたこと

を特徴とするものである。

もう1つの定義は、上記と同じ見地で、「化合物の指名された種類」の形態である。ここに反応性の極性基を生じる有機化合物は

(a) 常温において水に実質的に溶解性でないことを更に特徴とするのが好ましい、少なくとも1個の極性基を有する単純な有機化合物、

(b) 水溶性アルカリ金属カルボキシアルキルセ

19

ルロース及び水溶性アルカリ金属カルボキシアルキルヒドロキシアルキルセルロース、

(c) 水溶性ポリサツカリド、

(d) 水溶性タンパク質、

(e) 水溶性樹脂：ポリ(ビニルアルコール)、ポリ(エチレンイミン)、ポリ(アクリルアミド)、ポリビニルピロリドン、スルホン化重合体、カルボン酸重合体、それらのエステル及びアルカリ金属塩、及びマレイン酸共重合体誘導体、及び

(f) 水溶性セルロースエーテル

から成る組から選定される。

一般に、約15°ないし45°の常温において本発明の方法を行う。実質的に溶解性でないこと、すなわち混合性でないことは極性化合物を規定されたケイ酸塩のコロイド水溶液に添加した場合に水に不溶性の粒子の形成の補助になるものと思われる。

本明細書において極性基を生じる有機物質の名の一部として使用される場合の「水可溶性」と

20

は親水性コロイド技術において使用されるもの、すなわち水中においてコロイド溶液、あるいは安定な懸濁分散液を形成する物質と理解するものとする。

水溶性ポリサツカリドは本明細書においては親水性コロイド技術に包含されるものと理解する。この組には、カルボキシメチルデンプン、ヒドロキシエチルデンプン、及びヒドロキシプロピルデンプンのようなデンプン及びその化学的に変成された形態のもの、ペクチン、アラビック、グアー、トラガカント、ラーチ、カラヤ及びイナゴ豆のような植物ゴム、寒天、アルギン酸塩、及びカラジナーンのような海藻のポリサツカリドを包含しており、今や天然ゴムと同じような性質を有する完全合成のポリサツカリドを入手することができ、且つ、これもこの中に包含される。

本明細書においては水溶性タンパク質はコロイド技術によつて理解されたものとして包含され、ゼラチン及びカゼインは最も熟知のものである。

ポリ(ビニルアルコール)、ポリ(エチレンイ

21

22

ミン)、ポリ(アクリルアミド)、及びポリビニルピロリドンは公知の親水性コロイドであり、且つ多数の分子量で入手することができる。

カルボン酸重合体、そのエステル及びアルカリ金属塩はポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、ポリエタクリル酸及びマレイン酸重合体の加水分解生成物から入手することができる。アルカリ金属塩はポリ(アクリルアミド)及びポリ(アクリロニトリル)のような重合体から生成させて使用することができる。

マレイン酸共重合体誘導体は市販品を入手することのできる半アミド及び半エステルのような水溶性の極性重合体を提供する。

スルホン化重合体は不溶性重合体のスルホン化、あるいはスルホン酸基を有する単量体の重合から入手することができる。

水溶性アルカリ金属カルボキシアルキルセルロースの典型的な例はナトリウムカルボキシエチルセルロース及びナトリウムカルボキシメチルセルロース(通常ロムロと呼称される)である。水溶

性アルカリ金属カルボキシアルキルヒドロキシアルキルセルロースの典型的な例はナトリウムカルボキシメチルヒドロキシエチルセルロースである。一般にこれらセルローシック中の「アルキル」は炭素原子1ないし3個を有している。(カルボキシ基があるために、これらのセルローシックはセルロースエーテルであるとは見なされない。)

本明細書において使用される水溶性セルロースエーテルはアルキルセルロース型及びヒドロキシアルキルセルロース型及びこれら両者の混成物の親水性コロイドである。典型的な例はメチルセルロース、エチルセルロース、メチルエチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、及びメチルヒドロキシプロピルセルロースである。普通セルロースエーテル中の「アルキル」は炭素原子1ないし3個を有している。

又少なくとも1個の極性基を有し、規定されたケイ酸塩と反応して水に不溶性の粒子を形成する単純な有機化合物も適切である。単純な有機化合

## 2 3

物は巨大分子及び重合体と区別される。好ましい極性基はヒドロキシル及びカルボキシルである。単純な有機化合物は常温において実質的に水に溶解度を有しない、すなわち水性相と別個の独立した有機化合物相を容易に形成するのが望ましい。

しかしながら、非極性の、水に混合しない物質が水溶性粒子の一部になつてゐる、すなわち装てん物含有カプセルである場合には、水に実質的な溶解度を有する若干の化合物が有用である。極性化合物は、非極性の水に混合しない物質中に選択的に可溶性でなければならない。

単純な有機極性化合物の代表的な群は1価、2価、及び多価の脂肪族アルコール、低級脂肪族カルボン酸及び脂肪酸、脂肪族及び芳香族アミン並びにアミド、及びこれらの化合物のエステル及び塩である。

本明細書において使用される「有機親水性コロイド」とはコロイドの大きさ——1 $\mu$ 以下——を有する粒子の安定な水中懸濁液を形成することのできる、あるいはコロイド溶液を形成することの

## 2 4

できる任意の有機化合物を意味するものである。

## (2) 無機質ケイ酸塩

カプセル及び水に不溶性の粒子を製造する好ましい方法の無機質ケイ酸塩はコロイド水溶液中にしておくことのできるのが特徴である。水中において真の溶液になるこれらのケイ酸塩は極性基を生じる有機化合物と反応して水に不溶性の粒子を形成しないことも観察された。又水和物の形成によつて水を凝縮することのできる微粉砕されたシリカは反応して水に不溶性の粒子を形成しないことも観察された。

コロイド水溶液中に入れることのできるこれらの天然又は合成のどちらの粘土も本発明の方法において使用するのに重要である。モンモリロン群の種類の粘土を使用するのに有益であり、これにはモンモリロン石、パイダライト、ノントロン石、ヘクトライト、サボー石、及びソーコナイトを包含する。特に好ましい粘土はヘクトライトである。

## (3) ふるい分け処理

ふるい分け処理には標準のコロイド粘土水溶液を使用し、この粘土は通常の室温において「試験」の極

性基を生じる有機質物質など簡単なスパチュラかきまぜで迅速に反応する。コロイドの大きさよりも大きい水に不溶性の粒子を示すには、処理を行う透明なびんの内容物を肉眼で観察するだけで十分である。

標準溶液の調製の仕方は下記のとおりである。

ピロリン酸四ナトリウムペプタイザー 1 重量部を水 90 重量部に溶解し、次に合成ブツ案 (1.8 多) ヘクトライト粘土 9 重量部を解こう水に添加し、解こう水と粘土とを約 1000 回転/分のカウレス翼 (Cowles blade) で 8 時間かきまぜて確実に薄い水のような流動性のコロイド水溶液を形成させ、コロイド水溶液 40 重量部を水 60 重量部と混和して、重量百分率で水 96.0、粘土 3.6、及びピロリン酸四ナトリウム 0.4 から成る標準溶液を作る。標準溶液は薄いさらしわら色をしていて半透明である。

標準粘土の分析値は上記第 1 表に示してある。これは塩基交換容量 (meq / 100 g) 60 ないし 70 を有し、色及び外観は微細な白色粉末であり、ふるい分析では -200 メッシュであり、かさ密度は 96.1 g / g (60 ポンド / 立方フット)

27

#### 実施例 1 粒子

ヒドロキシエチルセルローズを水に溶解して 2 重量部の溶液を得たが、この溶液は透明な無色の液体であつた。2 多溶液 50 cc を標準粘土溶液 100 cc 中に注ぎ込み、スパチュラで静かにかきまぜる。直ちに内容物は外観が変化して濁つた灰色のスラリーになる。びんを横倒しにした後、一段とぬれた内側の表面で灰色のすじを観察した。このすじは灰黄かつ色で、幅 2 ないし 3 mm、長さ 6 ないし 15 mm であつた。水に不溶性のすじは連続した水性相の状態で流れて、非常に徐々に沈降する。若干時間にわたる貯蔵中では、このすじの認め得る程の合併 (合体) はなく、それらは不連続の性質を保持していた。

#### 実施例 2 かつ色のカプセル

次の成分：水 510 g、非極性化合物である 850 F・タモール (Tamol) 界面活性剤 (ローム・アンド・ハース社 (Rohm & Haas) の商品名) 68.3 g、ここでは分散剤として使用されるナトリウムカルボキシメチルセルローズ 12 M 31 F

29

特開 昭51- 59097(8)  
であり、且つ 15 センチボイズ溶液の pH は 9.5 である。上記の分析値から多少離れている粘土もふるい分け処理において完全に使用できることが観察された。

ふるい分け処理においては標準粘土溶液 100 cc を透明なびん、代表的には容量約 300 cc のねじぶたびんに入れる。次に試験しようとする特定の極性物質約 25 cc をびんに添加する。特定の極性物質が液体である場合にはそれを「そのまま」添加するが、固形物であれば水に溶解し、25 cc 時にはチェックとして 50 cc をびんに添加する。通常試験物質をびん中に注入して生じさせた混合物は水に不溶性の粒子を生成するのに十分である——試験物質が反応性である場合には。そうでない場合には内容物を軽く振れば十分である。ほとんどの場合直接の肉眼観察で水に不溶性の粒子がわかる。非常に小さい粒子は透過光線によつて、びんの内側のぬれた表面を調べて検出することができる。この直接観察で着色水溶液の障害を克服する、すなわち粒子のないことを確認する。

28

(ハーキュレス社 (Hercules Inc.) 商品名) 1.5 g、及びブラウンオキサイド (Brown Oxide) 640 (フランク・ビー・デビス社 (Frank B. Davis Co.) の商品名) 1000 g をガラス球混練りすることによつてかつ色顔料分散液を製造した。混練り後には、分散液は均一なかつ色に見えた。

かつ色の分散液 25 cc を標準粘土溶液 100 cc 中に注入した。注入が進行している時でさえ、形状がほぼ球状の微細なかつ色のカプセルが出現した。かつ色のカプセルは静置すれば非常に徐々に沈降してゆるい目の詰んだ塊を形成し、この塊はびんを静かに振れば容易に再分散して水性相になつた。

びんの内容物を透過光線で見た場合には、かつ色のカプセルはカプセルを取り巻いている透明な液体から分離して鮮明な表面を持っていた。カプセルのふちには薄い層を明瞭に見ることができた。この薄い層は明らかにカプセルの一部であつたが、しかしこの層はカプセルの「内部」とは異なつた

30



仕方では光線を通した——光線に照らされた層はカプセルにハロー効果を生じた。液体の連続層は極微細粘土溶液の色よりも淡い非常に薄いわら色であつた。かつ色顔料は全部かつ色に着色されたカプセルの中に移つた。

極微のふるい分け処理では試験しようとする極微物質を標準粘土溶液に添加することが必要である。この添加の順序で水性媒質中にカプセルの多色の分散液を形成させることができる。このような色の分離が本質的でない場合、すなわち系が明確な色でない場合には添加の順序は本質的でない。

粒子及びカプセルの形成は、それ自体で添加されて存在するか、あるいはカプセル化せよと所望される1種類又はそれ以上の成分中に存在する、極微を生じる化合物の量によつて影響を受ける。カプセル形成が困難なような場合には、カプセルを生成するのに十分な粘土が生じるまで静かにかきまぜながら粘土溶液を添加すべきであり、この処理は存在する極微の量によつて決定される終点までの滴定の性質を帯びている。この現象

31

イ・シャドー・クリーム、カプセル入りの日光浴用クリームの入っている日焼けローション、虫よけローション、及び頭髪染料である。

本ゲル組成物はゲル化食品に有用である。特に重要なのはゲルキャンデー（砂糖菓子）である。口に風変わりな効果を得るため、あるいは単に人目を引くのを高めるための多色の組合せにするために、異なつた香味の装てん物を有する1種類又はそれ以上のカプセルを含有している甘くされたゲル。代表的な装てん物は果汁、シロップ、ホワイト・ミルク、チョコレート・ミルク、エッセンス及びせき止めドロップに入れる医薬品である。又カプセルによつて得られる効果が必要でない場合には、これらの香味剤等をゲルに溶解させることもできる。

興味深いのは2包装系を必要としない頭髪染料であつて、これは染料溶液が染料固定用薬品のカプセルに分散しているか、あるいはその逆の組合せにすることができる。

又本発明のゲル組成物はガラス清浄剤及び表面

特開 昭51- 59097(9)

に対して別の名称がないので、これを「カプセル」を生成するのに必要とされる水準における粘土による極微の充足」という。

本発明の組成物の有用性

本発明のゲル組成物はフツ素を含有していてもいなくても、優秀な歯のプラークの除去、及び快い味による口のさわやかさ、及び口すすぎ後の口からの練り歯みがき除去の極微の容易さを提供する練り歯みがきに特に有用である。

本ゲル組成物は水蒸気媒質を必要とする多数の化粧品に有用である。本発明の組成物で有用な製品ができる代表面化粧品は緩和的なクリーム、水分のないハンドクリーム、パニングクリーム、クリーム状の皮膚用ローション、シャンプー、面髪セット用ローション、液状クリーム、クリーム・ローション、練りクリーム、普通の練り口紅、液状口紅、及び特により自然な外観にするための有色カプセルを含有するもの、有色カプセルがあるために容ぼうの自然さを増すクリーム及びペーストの口べに、まつ毛染めクリーム及びア

32

からのカーボン・インキの除去剤としても有用である。

実施例1 歯のプラークの除去

(A) 合成フツ素(8.5%)ヘクトライト粘土入り練り歯みがき

本練り歯みがきの実施態様Aの成分を容器に入れてから、薄い水のような流動性の溶液が得られるまで数時間の間カウレス裏でかきまぜた。この流動性の溶液をガラス製の広口びんに移し、次に広口びんを90℃に加熱した。加熱時間は約1時間であり、この時間で流動性の溶液は、ゲルの団塊がほとんど自力で形状を維持しているような剛性の半透明の均質なゲルに変化した。

この練り歯みがきの実施態様Aの成分は水、グリセリン保湿剤、ラウリル硫酸ナトリウム(SLS)、ピロリン酸四ナトリウム解こう剤(TSPP)、合成フツ素(8.5%)ヘクトライト粘土であり、合成ケイ皮油を香味剤としてかおりがし、且つ舌でかろうじて味わえる量を添加した。組成の重量部、及び重量百分に転換した値は下記のとおりである。

33

34

第 2 表

成 分	重量部	重量%
粘 土	47.5	10.4
T S P P	2.5	0.5
S L B	6.5	1.4
グリセリン	125.0	27.5
水	275.8	60.1
香味剤	こん跡	-

実施態様 A はフッ素成分 0.86% を含有している。

(B) 合成フッ素(1.8%)ヘクトライト粘土入り練り歯みがき

本練り歯みがきの実施態様 B の成分、及び製造過程は合成フッ素(1.8%)ヘクトライト粘土を合成フッ素(8.5%)ヘクトライト粘土の代りに用いたことを除いて実施態様 A の場合と同一である。生成物は実際の目的に対してゲルの特性は実施態様 A と同じであつた。実施態様 B はフッ素

55

方法で使用される非毒性の無害の赤色をした錠剤に対するジョン・オー・パトラー社(John O. Butler Co.)の商品名である。このラベルには「歯についている歯のプラーク及び口の碎片を染色コーティングするための処方品。この新規の効果的な視覚による方法では通常歯をみがく場合に見落される歯の面を測定する。」と述べている。又ラベルにある使用法には「1錠を歯でかみ砕き、少なくとも30秒間くしゃくしゃかみ回しなさい。水の流れているボールの中に吐き出し、水で口を1、2回すすぎなさい。歯の上に残っている赤色の面であなたが歯をみがいている時に見落した、有害なプラークを含んでいる恐れのある面がわかります。」と記載してある。

A D A の1枚刷り印刷物051では「(2)口の中をからにして、歯科鏡又は手鏡であなたの歯を調べてプラークのよごれをどらんさい。」と述べている。次に歯をくまなくフロス(floss)し、且つブラッシングする。次に1枚刷り印刷物では「歯をもう一度鏡で調べなさい……も早やよどれ

57

開 昭51- 59097(10)

成分0.19%を含有している。

(C) レッド・コート(RED-COTE)歯のプラークの確認、

歯のプラークは歯の上に連続的に形成する粘着性の、無色の透明に近いフィルムである。これは主としてだ液及び口部の碎片にバクテリアが加わって作られる。プラークが長期間にわたって蓄積すれば硬化して結石(歯石)になる。

アメリカン・デンタル・アソシエーション(American Dental Association)が1972年に発行の「プラークを除去せよ」という表題の1枚刷り印刷物051では、プラークの除去についての助言、及び歯をみがいた後に存在するプラークに対する試験を述べている。染色試験方法の詳細は「あなたの歯を生湿保持するための新しい方法」なる表題のプロクター・アンド・ギャンプル(Procter & Gamble)の1枚刷り印刷物に述べてある。

ペトラー・レッド・コート(BUTLER RED-COTE)は上記の1枚刷り印刷物のプラーク検出

56

を見ることができなければプラークを除去してしまつたのです。」と述べている。

(D) 本発明の実施態様 A の練り歯みがき、及び市販のフッ素化練り歯みがきを試験するために、この新規の赤色染料歯科プラーク確認方法を3名の男子被験者が使用した。

被験者 D は 57 才の男性であつて、その口は脆弱な経歴、すなわち歯ぎん及び組織が通常の練り歯みがき、及び未希釈のうがい剤に対して過敏であつた。被験者 D は練り歯みがきを避けて、普通の人々よりもしばしば歯の掃除のために歯科医に通つた。彼の下の前歯は歯ぎん水準で象牙質が著しく露出していて自然であつた。彼の上の前歯はびつちりしたセラミック・キャップ(ceramic cap)をかぶせてあつた。

試験用に、長さ 52 mm、幅 8 mm に配列された中程度の硬さの 4 列のナイロン製剛毛のある新品の歯ブラシを購入した。市販の A D A 試験ずみのフッ素化練り歯みがきクレスト(CREST)〔プロクター・アンド・ガンブル(Procter & Gamble)〕

58

の商品名)を比較として使用した。5mmより少し狭い絞り出し口のある透明なプラスチック製チューブ入りの実施態様Aをこれとの比較に使用した。クレストのチューブの絞り出し口は8mmであつた。

(a) 被験者Dは赤色染料試験の前に14日間練り歯みがき「A」を使用していた。試験のたびごとに被験者Dは口の中で1分間染料をかみ且つ保持した。練り歯みがき「A」でブラシみがきする前に拡大鏡で歯を観察した。上の歯ぐん及び隣接している歯の間に顕著な暗いピンク色の顔になつて染料で暗くおおわれていた。下の歯は象牙質上及び歯ぐんの線にはるかに暗い色がついて、もつと暗く汚染されていた。練り歯みがき「A」約25mmを歯ブラシに付けた。練り歯みがきは絞り出し口を通過した後にも練り歯みがきの棒の直径に認め得る変化なしによくその円筒形の形状を保持した。「普通」のやり方で歯をみがき、次にタツプ水で2回口をすすいだ。かすかなケイ皮の味を口から除くのになわずに2回だけすすぎが必要のようであり、練り歯みがき自体は口当たりがよく、

39

に見え、且つ口はさわやかであつた。今回も口に刺激を感じなかつた。本ADA試験では実施態様「A」は完全に歯のプラークを除去する。

(a) 上記の試験(b)を終了してから2日後に、再度染料を1分間保持することによつて歯に適用した。拡大鏡での歯の検査では、上の歯に歯ぐん線及び歯の間に中程度の量の赤色が見えた。下の歯には前回のようにもつと赤い汚染があつた。クレスト練り歯みがきは非常にたやすく流れたので、歯ブラシの全長が練り歯みがきでおおわれた。クレストはチューブの口から出た後に多少膨脹することも観察された。激しく歯をみがけば、口中の味の水準及び練り歯みがきの残留分を許容できる水準にまで減じるのには実際に8回口をすすぐことが必要であつた。(すすぎの後1時間は後味が認められた。)鏡検査では歯ぐん線及び露出された歯の表面は清浄であるが、密接している上の歯及び下の歯全部の間に赤色の汚染があつた。クレストは明らかにこれらの非常に狭い間隙には浸透しなかつた。(使用されたクレストの容積は、使用

41

且つ歯みがき中に口の組織が乱されることは指摘されなかつた。歯をみがいている時練り歯みがきは歯に対してなめらかな触感であつた。

口をすすいだ後拡大鏡では下の前歯の象牙質、及び隣接している歯の間に多少赤色が見えたが、上の歯はきれいであつた。練り歯みがき「A」約10mmで軽く歯をみがき、タツプ水で2回口をすすげば目に見える赤色染料は全部なくなる。

(b) 次にもつと厳格な試験を行つた。被験者Dは約60時間歯をみがかないで、次に赤色染料を約1分間保持して歯を拡大鏡で検査した。歯に保持される染料の量は非常に増大した。しかしながら上の歯のセラミックの表面は自然の珪素質表面より、又露出された象牙質よりも保持されている染料は少なかつた。下の歯はやや暗いピンク色と記載してよかつた。歯を練り歯みがき「A」約25mmで、今回は上記の(a)よりも激しくみがいた。今度も2回のすすぎで、練り歯みがきの味は完全になつた。鏡で検査しても目で見える赤色染料はなかつた。歯は清潔な触感であり、清潔

40

された練り歯みがき「A」の2倍であつた。)

(d) 翌日(24時間)クレストの比較のために第2回目の染色試験を行つた。今回は上、下両方の歯とも汚染は第1回目の汚染よりも著しく大きかつた。再度クレストを歯ブラシに付けて歯を激しくみがいた。今回も味及び練り歯みがきの残分を除去するのには8回のすすぎが必要であつた。拡大鏡検査ではプラーク除去は第1回の試験——上記の(a)——において観察されたほぼ同じであることが明らかになつた。

(e) 観察：歯をみがいている時にクレスト練り歯みがきをかめば口の中のほおの内側部分が痛かつた——被験者Dが規則正しくクレストを使用したがない程の猛烈さであつた。練り歯みがき「A」にはこれという味がなく、試験中にわずかのケイ皮油は急速に消失した。クレスト試験後に水すすぎされた歯及び口では、練り歯みがきAの試験後に得られた清潔、且つさわやかな感じはなかつた。朝、練り歯みがきAの試験に続いて口をすすげば清潔な新鮮な味覚が得られる——うがい

42

よりも良い。次に翌朝のクレスト試験後の味は獣の味がし、口をすすいでも獣の臭味は抜けない。  
——セパコール (Sepacool) (商品名) うがい剤は効果がなかった。

被験者Ⅱはほとんど全部生来の歯を持つている別の57才の男性であり、見ることができる歯はほとんど生来のものであつた。赤色染料試験において、彼は数日間実施態様「A」の練り歯みがきを使用していた。

(a) 更に厳格な試験を行うために、被験者Ⅱは2日間歯をみがかないでプラークを作つた。染料は上、下の歯をほとんど同じに汚染して暗いピンク色にした。彼は例の通り練り歯みがきAで徹しく歯みがき、練り歯みがきAでの彼の標準の唯一回のすすぎだけをした。歯を肉眼で検査したが赤色染料は全部完全に除去されていることがわかつた。彼は口及び歯で新鮮且つ清潔に感じた。

(b) クレスト練り歯みがきに関して赤色染色試験を行つた。合理的な比較を行うために、被験者Ⅱは歯のプラークを作るため2日間歯をみがかな

かつた。染料は実施態様Aの練り歯みがき試験の時よりも歯は多少暗色が強かつた。歯ぎん線及び歯の間から赤色染料を全部除去するために被験者Ⅱは一回クレストを使用して3回歯をみがいた。口から泡を除くために数回口をすすぐことが必要であつた。不愉快な後味が口の中に残つた。

被験者Ⅲは歯冠をかぶせた2本以外は全部生来の歯のある27才の男子であつた。

(a) 被験者は長らくコルゲート (COLGATE) (商品名) 練り歯みがきの愛用者であつた。赤色染料試験では歯ぎん線及び歯の間のプラークを示した。歯の外面はわずかしき染料の残留を示さなかつた。被験者の普通の歯みがき方法では歯の間から染料を除去しないので、更に多量の練り歯みがきを用い一段と激しい歯みがきをして歯の間から染料を除去した。

(b) 被験者Ⅲは1週間の間、実施態様Aの練り歯みがきに切り替えた。そこで彼は赤色試験を行つて、今回も歯ぎん線及び歯の間に赤色が見えたが、先に練り歯みがきとしてコルゲートを使用し

43

44

ていた時よりも色が薄かつた。彼のいつもの方法でA練り歯みがきで歯をみがいて歯ぎん線及び歯の間から完全に赤色染料を除去した。A練り歯みがきを口から除去するには1回のうがいで十分であり、且つ後味はなかつた。

赤色染料除去に関して実施態様Aの練り歯みがきは従来からあるコルゲート練り歯みがきよりもはるかに効果的であると被験者Ⅲが報告した。

#### 実施例2 歯のプラーク除去

被験者D D Bは被験者Dの歯科医師である。専門家の歯の手入れを受けるために被験者Dが訪れた時、実施態様Aの練り歯みがきのチューブを携行した。

練り歯みがきをかみ、且つ少しを指で自分の歯にこすりつけた後に、被験者D D Bはこの練り歯みがきを試用する決意をした。彼は自宅で、起きたら直ちに敏感な歯のために配合されている市販の練り歯みがきセンソダイン (SENSODYNE) (商品名) で歯をみがいていた。しかしながら彼はまだ何も食べていなかった。

45

—556—

彼は最初に彼の下の奥歯の歯ぎん線に沿つてスケール除去剤 (scaler) を流したところ、スケール除去剤は彼の朝の歯みがきで除去されなかつた歯のプラークの實質的な量を選んで出てきた。

次に彼は実施態様Aの練り歯みがきの細片25mmで歯をみがいた。徹しくみがいたために多量の泡を生じたので、つばを吐いてから1回口をすすいだ。彼の口には泡が全くなかつた。彼は、彼の常用の練り歯みがきでは、3ないし4回のすすぎが必要であると説明した。又彼は口の組織をかむこともなく、又口の内に何の味もないと説明した。赤色試験では実施態様Aの練り歯みがきは歯プラークを全部除去したことを示し、スケール除去剤は元のままで出てきた。

被験者D D Bは被験者Dとしばらく話し合い、そこで彼は「私は今あたかも私が専門の予防をしたような歯の感じかすること気が付いた」と云つた。

清浄作用は主として本発明の練り歯みがき中の粘土による歯のプラーク及び口の碎片のカプセル

46

化の結果であると考えられる。公知のすべての練り歯みがきにおいて、清浄作用は固体の研磨剤及び発泡剤に基づることが指摘される。練り歯みがき A 及び B は許容された標準によつて研磨剤として作用することのできる物質を何も含有していない。コロイドの大きさのシリカ固体分散液の状態であるとはいえ、研磨剤としては無効である。実施例 1 の結果では、水性コロイドヘクトライト粘土ゲル練り歯みがきは歯のプラークの効果的な除去をすることを証明している。

もしも有賞のものならカプセル化現象を観察しようとして若干の試験を行つた。下記は 3 種類の別々の試験を組合せたものである。歯をブラシみがきした後、口の中につばがたまつた。少量の水をすすり、口中でどぶどぶし、直径約 75 mm、透明部の高さ約 75 mm のガラス器中にこの水及び碎片を吐き出した。再度口をすすぎ、これをガラス器の中に吐き出した。歯ブラシを少量のタツプ水で洗い、この洗液は別の液体に加えた。

1 分以内に白っぽい濁った内容物は分離し始め

47

#### 実施例 3

つば及びうがい水をガラス製観察器に入れた試験を更に 2 回行つた。

各試験において試験の被験者は練り歯みがき A を普通の量の 2 倍の約 50 mm 歯ブラシの上に乗せ、激しく歯をみがいた。つばを含めて 2 回のうがい水、及びブラシの洗いをガラス器中に吐き出した。かつ色の非常に薄い上部層が速やかに形成した（毎晩被験者はデザートにチョコレート・ケーキを食べた）。約 1 時間でガラスは 5 層系、すなわちカプセルの薄い上部層、約 15 mm の清澄液層、及び残りの濁ったかつ色・乳汁様液体を示した。1 夜、約 12 時間の静置後にもガラス器内の外観に変化はなかつた。反射光線による検査で、濁りは液体中に懸濁された微細な小球体に起因することが明らかになつた。更に 12 時間静置しても事象に変化はなかつた。

十分な粘土が存在する場合 にはプラーク及び碎片は非常に強くカプセル化されるので、膜は個々のカプセルに先の試験のかたまりを形成するとど

た。約 6 ないし 8 mm の厚さに達した上部層が現われ、この層は小さい小球体から成り、且つ食物粒子が層中に保持されていた。透過光線によつて小球体はハローのようなきらめきになつた。——大きなカプセルを生成したカプセル化試験においては更に明瞭に認められた。ガラス器を動かす場合にはそれが実質的に 1 単位として動くにつれて若干緩慢して「かたまり」になつた。ガラス器を一夜静置させておいたが翌朝外観は変化していなかつた。暗い食物の粒子は依然としてかたまりの状態であり、位置も動いていないようであつた。

好奇心からガラス器をかきまぜたところ、直ちにかたまりは碎けて数個の小片になり、且つそれらは全部沈んでガラス器の底に行き、液体の頂部においてと同じ外観にもどつた。

言いたことには、カプセルの白いかたまりの下の液体は完全に透明であつて、沈殿物あるいは固形懸濁物のこん跡もなかつた。白いかたまりが底に沈んだ後に、かたまりの上の液体も又輝かしく、且つ清澄であつた。

48

な凝集をもさせないものと考えられる。カプセル形成中におけるかきまぜの程度がカプセルの大きさと非常に関係があることがわかっているの、口の中でどぶどぶすることによつて得られる極度のか流がカプセルの微細な大きさを解明している。

これらの試験から、破碎されたプラーク及び口の中の碎片のカプセル化は本発明の練り歯みがきで歯をみがいてるうちに起るという結論に達した。

#### 実施例 4

本発明の練り歯みがきの他の試験において、試験の被験者は日の暮れているうちにコーティングが歯の上に形成され、プラークができ上がるようである報告した。鋭敏度の減退するのと、特に露出された象牙質上におけるコーティングの形成とは合致する。象牙質は鋭敏な部位であると認められる。

規定された粘土は歯ぎん粉、小さなカリエス部分、及びエナメル血小板の間において露出された象牙質と反応するものと考えられる。フッ素化練り歯みがき中におけるフッ素化合物は象牙質と反

49

50

応してこれを封じ込め、それで更に崩壊するのを防止することが是認される。コロイド溶液中における大きな粘土単位はあたかも接着剤によつて密着されたように他の表面に付着されなければならないことはない。粘土の構成単位中において間隔を保った位置に存在するフッ素イオンは、層板板がわずかに数本の釘によつて層板に保持されて、有効に広い領域を被覆するのと同様に、かなり緊密に粘土の構成単位を保持することができる。もう一方では本発明においてプラークを効果的に除去し、且つ歯ぎの不開をいやすのが利点であると是認され、従つて試験の被験者の指摘した若干の利点はプラークの除去に俾することができることを無視することはできない。

#### 実施例 5

##### 赤色 - 白色 - 青色ゲル組成物

- (a) (i) 赤色のカプセル、(ii) 白色のカプセル、及び (iii) 青色のカプセルを中に分散している (A) ゲル、からなり、練り歯みがき、又はメツクアップの化粧品として使用するのに適切な本発明の組成

51

- (i) 二酸化チタン顔料をパラクロル・レッドと置き換えたことを除いて上記 (i) のようにして白色のカプセルを製造した。白色顔料は赤色カプセルとほぼ同じ寸法及び形状であつた。  
(ii) タロー・ブルーをパラクロル・レッドと置き換えたことを除いて上記 (i) のようにして青色カプセルを製造した。青色カプセルは赤色カプセルとほぼ同じ寸法及び形状であつた。  
(iii) 上記 (i) の赤色分散液 150  
上記 (ii) の白色分散液 150  
上記 (iii) の青色分散液 150  
上記 (i) (ii) の粘土溶液 180

を重量で、赤色カプセル、白色カプセル、及び青色カプセルをヘクトライト粘土コロイド水溶液中において混合することによつて多分散組成物を形成させた。この多分散組成物を、カプセルの寸法及び形状に認め得るほどの変化が認められないように混和させた。分散体中においてガラス容器の壁に押し付けられたカプセルは平らになつて壁の彎曲に順応した。

53

特開 昭51- 59097(C1)

物を下記のようにして製造した。

- (A) A における実施例 1 に示された組成のゲルを示された過程によつて製造した。合成フッ素 (8.5%) ヘクトライト粘土を含有する練り歯みがきである。

- (B) (a) パラクロル・レッド顔料 15 重量部をヒドロキシエチルセルロースの 2% 水溶液 150 重量部に分散させて赤色のカプセルを製造し、

- (b) 先に記載の過程を使用し、  
合成フッ素 (1.8%) ヘクトライト粘土 5.6 重量部  
ピロリン酸四ナトリウム 0.4 %  
水 96.0 %

を混合することによつて粘土のコロイド水溶液を製造し、

溶液 (B) (b) 50 重量部を分散液 (B) (a) 165 重量部中に分散させて、水性媒質中において最大寸法約 3 ないし 6  $\mu$  を有する大体球状の赤色のカプセルを得た。(かきまぜを増せば小さいカプセルを生成する)。

52

室温において長期間の貯蔵後にもカプセルの凝集、又は色の混合が認められなかつた。

- (i) 最後に (i) の十分な量の多分散分散体を上記 A のゲルと混和して、赤色カプセル、白色カプセル、及び青色カプセルが分散している媒体の薄い多色ゲル組成物を得た。

- (ii) 製品組成物中におけるカプセルの形状は球状よりも棒状になる傾向が強い。しかしながらゲル媒質の剛性はカプセルの形状に顕著な働きをし、ゲル媒質が流動性であればある程形状は球状に近くなる。本実施例様においてはカプセルは長さが約 6 ないし 12  $\mu$ 、直径が 1 ないし 3  $\mu$  の短い棒であつた。

#### 実施例 6 皮膚用クリーム

皮膚用クリームとしての実施例 1 の実施例様 A。2 回の試験、(i) 片手の甲にクリームをのせ、もう一方の手を未処理のままにしておき、次に (ii) この処理順序を反対にする試験を行つた。2 回の試験結果は同じであつたので一つにまとめた。

未処理の手は乾燥し、しわが寄り、触感的では

54

なく、且つ淡い黄かつ色であつた。

クリームは手の甲及び指で、容易に皮膚に拡がり平らになつた。平らになつてゐる間に若干毛を引き寄せ、クリームが乾燥すれば毛はその正規の自由に立つてゐる位置を取りもどした。

処理された手は乾燥すれば平滑で、ねばねばしないで手ざわりはやわらかかつた。皮膚は少し光沢があつたが気持のよい光沢であつた。処理された皮膚は未処理の皮膚よりも明確に淡い色であつた。

「冷めたい」タツプ水で手をすすぎ、軽くタオルでふけば光沢のある外観はなくなるがクリームのは除かれなかつた。処理された皮膚はその触感的な外観及び柔らかな、なめらかな触感を維持していた。

約12時間及び「冷たい」水道水でのすすぎ4回の後でも処理された皮膚は未処理の皮膚よりもまだ著しくなめらかさ、柔軟さ、及び外観が触感的であつた。

就寝前に皮膚をセッケン及び温水で洗淨し、目

55

の組成物中に混合させて、カプセルによつて与えられたわずかに粒状の触感を有する青色の柔軟な厚い組成物を得た。(更に小さなカプセルでは粒状の触感がなくなる。)

(b) 成人した女子の被験者が上記の組成物をアイシヤドーとして使用した。彼女はまぶたへの適用のしやすさ、及び被覆しようとする広さ、及び適用される量の調節のしやすさについて報告した。彼女は眼が以前に使用していた市販のアイシヤドーを使用して化粧した容ぼうに比較して化粧をしない「自然な」容ぼうなので大得意であつた。

(c) 被験者は又新規に適用した後に顔用の薄い絹布(facial tissue)で吸い取つた後のアイシヤドーの「耐久性」について報告した。彼女は化粧くずれしないのを重要な利点と思つてゐる。

#### 実施例 8 カーボン・インキの掃除

本実施例においては掃除用媒質として実施例 A のペーストを使用してタイプライターの構成要素を掃除にした。ねばねばした布である市販の銘柄品のタイプライター掃除具を用いて、これらの

に見えるクリームの膜をタオルでふき取つたが、翌朝でもまだ未処理の皮膚よりも外観及び触感が著しく触感的であつた。

#### 実施例 7 アイシヤドー

(a) 化粧用のアイシヤドーに使用するのに適切な化粧用組成物の製法は下記のとおりである。

(A) 水 9 4.5 重量部及び合成フツ素(1.8 多)ヘクトライト粘土 3.5 重量部を 1000 回転分のカウレス翼によつてゲル状膜が得られるまでかきまぜた。

(B) 乳白光を発する真珠光沢の顔料をゲル A に混和した。

(C) タロウ・ブルー(chalo blue)顔料を A 及び B の混和物中に分散させて乳白光を発する青色の組成物を得た。

(D) パラクロルレッドの装てん物及びヒドロキシエチルセルロース及び合成フツ素(1.8 多)ヘクトライト粘土から形成された膜を有する水性媒質中における赤色のカプセル。

(E) 次に (D) の赤色カプセル及び水性媒質を青色

56

要素を 3 回掃除して印字面からインキを除去した。o, p, q, r, s などのような小さな欠刻はカーボンインキの残留物でほとんど充填していた。

タイプライターの構成要素を取り出して洗槽に入れた。吸い出しプラシに実施例 A のペースト約 25 cc を載せ、構成要素の 1 つを水で湿らせてからペーストでプラシがけをした。プラシを強く構成要素に当てたので洗槽中には多少のはね返りが認められた。構成要素の表面は速かに厚い灰色の泡でおおわれ、構成要素を保持している指も厚い灰色の泡でおおわれた。プラシでこするのを 5 分間続けた。

先の実施例において使用された水盤に約 50 cc 水を入れておいた。泡でおおわれた構成要素を水中に入れて勢かに振り回し、構成要素をパネ式でこで保持して清淨な手でこすつた。構成要素を水から上げたが、水洗前でも清淨な光沢のある金属を露出した。構成要素をタツプ水で洗淨してから風乾させた。構成要素を乾燥後、ほこりを払つて検査した。最小の欠刻がインキの残留物の膜を

57

58

保持していた点を除いて、構成要素は全部光沢のある清浄さであつた。この膜をピンの先でかき取つて、非常に薄いことがわかつたが、金属からはぎ取ることはできなかつた。(清浄な構成要素をタイプライターにもどし、2週間使用して、有効性は溶剤又は洗浄剤溶液で清浄にされた構成要素の有効性と同一であることを示した。)

泡でおおわれた構成要素を水中でじやぶじやぶやつた後に水中でブラシで払つた。ブラシの毛の先端に多少のしみが付いた。今ではガラス器の内容は一様に暗灰色の濁つた液体であつた。静置約1時間後に、白紙をバックにして見るに、清澄な水の上層ができていた。ガラス器を50時間静置しておいたところ、清澄な水の層が徐々に厚さを増し、且つ下方のゆるいふわふわした固形物層が沈降したが、ち密ではなかつた。ガラス器をわずかに揺り動かせば固形の物質を浮き上がらせて清澄な水の部分の内に広がらせる。固形の物質は明るい灰色の物質に包まれた小さな黒色(青色がかつた)粒子に見える。個々の塊の凝集は起らなかつた。

59

察した。湿つた内面を紙タオルでふき取つて乾燥させ、且つ湿らしたタオルを使用して外面をふき取つた。乾燥したガラス面は頭上からの光線で見るとダイヤモンドのような光沢で輝いた。このガラスの輝きは家庭用自動車を洗い類で洗つたもののどれよりもはるかに優れていた。

実施例Aのペーストを水で切斷して、流動性のゲル粘稠液にした。このゲルの若干をよごれた自動車の風防ガラスに塗り、湿つた紙タオルで風防ガラス全体に広げた。風防ガラスをタオルでふいてゲルを取り除いたところ、輝きのある清澄なガラス表面を生じた。本清浄剤は自動車給油所において使用されるアルコール調合剤で得られるほどの清浄剤よりもはるかに良好であつた。

代理人 浅 村 晴  
外 3 名

61

特開 昭51- 590 97(16)  
つた。約30時間で底残分は沈降して厚さ約7mmになつた。底残分の流動性は上部層のデカンテーションができない程であり、ガラスを傾ければ直ちに清澄な液体中に底残分の塊を起した。

タイプライターの構成要素をブラシがけした後、左手の指は長さの約半分が大量の暗灰色の濃い泡でおおわれた。ゆつくり流れるタップ水を用意して、指を水流の中に順次入れた。泡はこすらなくても皮膚から洗い流され、皮膚は清浄になり、インキの汚染が全くなつた。(通常の溶剤及び洗浄剤溶液は指をひどく汚染し、皮膚を清浄にするのに、セッケン又は洗浄剤でかなりの回数こする必要がある。)

本実施例では今述べた清掃作業の骨の折れる作業の大部分、及び作業後の身体の清浄化に伴う不愉快さを解消する本発明のゲル組成物の能力を示している。

#### 実施例9 ガラス清浄剤

実施例8において、ガラスの湿つた表面が内容を注ぎ出した後に輝かしい外見であることを観

60

#### 6. 添付書類の目録

(1) 願 書 本 部	1 冊	(4) 委任状及其の英文	各 1 冊
(2) 明 細 書	1 冊	(5)	1 冊
(3) 図 面	1 冊	(6)	1 冊

#### 7. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

(2) 出願人

#### (3) 代理人

所 在 所 〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号  
新 大 手 町 ビ ル デ ィ ン グ 3 3 1  
電 話 (211) 3 6 5 1 (代 表 者)  
氏 名 (7204) 弁 理 士 浅 村 晴  
居 所 同 所  
氏 名 (6926) 弁 理 士 寺 崎 孝  
居 所 同 所  
氏 名 (6772) 弁 理 士 西 立 人